

|          |                            |                            |
|----------|----------------------------|----------------------------|
| KOPALINY | NORMA BRANŻOWA             | BN-65                      |
|          | Ziemia krzemionkowa surowa | 6011-03                    |
|          |                            | Zamiast<br>RN-61/MPCh-1860 |
|          |                            | Grupa katalogowa VII 17    |

### 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest ziemia krzemionkowa surowa, zwana również opoką lekką powstałą z odwapnienia osadów wapienno-krzemionkowych, produkt wydobywany metodą górniczą.

### 1.2. Oznaczenie

ZIEMIA KRZEMIONKOWA SUROWA BN-65/6011-03

### 1.3. Normy związane

- PN/C-04506 Chemiczne badania i próby. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Wytyczne dla produktów sypkich
- PN/C-04507 Chemiczne badania i próby. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Wytyczne ogólne
- PN/C-60010 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zgłębniki do produktów sypkich i w kawałkach

### 2. WYMAGANIA TECHNICZNE

**2.1. Wymagania ogólne.** Ziemia krzemionkowa surowa powinna być materiałem silnie porowatym i mieć postać miazgu lub brył o wymiarach nie większych niż 200 mm, barwy białej, żółtawej lub szarawej. Nie powinna zawierać wtrąceń wapieni ani obcych zanieczyszczeń.

### 2.2. Wymagania szczegółowe

| Wymagania                                                                                                                                           |     |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Zawartość $\text{SiO}_2$ w przeliczeniu na suchą substancję, %, co najmniej                                                                         | 80  |
| Zawartość $\text{R}_2\text{O}_3$ ( $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2$ ) w przeliczeniu na suchą substancję, %, najwyżej | 6   |
| Zawartość $\text{Fe}_2\text{O}_3$ w przeliczeniu na suchą substancję, %, najwyżej                                                                   | 3   |
| Zawartość $\text{CaO}$ w przeliczeniu na suchą substancję, %, najwyżej                                                                              | 2   |
| Zawartość $\text{MgO}$ w przeliczeniu na suchą substancję, %, najwyżej                                                                              | 2   |
| Zawartość wilgoci, %, najwyżej                                                                                                                      | 50  |
| Ciężar nasypowy substancji wysuszonej, G/l, najwyżej                                                                                                | 450 |

Zjednoczenie Kopalnictwa Surowców Chemicznych  
Ustanowiona przez Dyrektora ZKSCHEM. dnia 31 maja 1965 r. jako norma obowiązująca  
w zakresie produkcji od dnia 1 stycznia 1966 r.  
(Mon. Pol. nr 51/1965 poz. 271)

### 3. OPAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

3.1. Opakowanie i transport. Ziemia krzemionkowa surowa powinna być transportowana luzem w wagonach lub samochodach niekrytych.

3.2. Znakowanie. Do każdego wagonu (samochodu) należy dołączyć napis zawierający co najmniej:

- a) nazwę zakładu,
- b) oznaczenie wg 1.2.
- c) wagę brutto.

3.3. Przechowywanie. Ziemię krzemionkową surową należy przechowywać w zwałach pod zadaszeniem, na składowisku specjalnie do tego celu przeznaczonym.

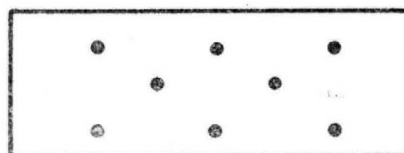
### 4. BADANIA TECHNICZNE

4.1. Wielkość partii. Za partię uważa się jednorazową wysyłkę do każdego odbiorcy oddzielnie nie przekraczającą 150 t.

4.2. Pobieranie i przygotowanie próbek należy przeprowadzić wg PN/C-04507 oraz PN/C-04506. Z partii ziemi krzemionkowej przedstawionej do odbioru należy pobrać próbki po 5 kg z wagonu, lub po 2 kg z samochodu według schematu pojedynczej (rys. 1) lub podwójnej (rys. 2) koperty.



Rys. 1



Rys. 2

Próbki należy pobierać zglębniakiem wg PN/C-60010. Średnią próbkę laboratoryjną o masie około 1 kg przygotować wg PN/C-04506.

Próbkę laboratoryjną do ewentualnych analiz rozjemczych należy przechowywać przez okres 1 miesiąca.

#### 4.3. Rodzaje i wykonanie badań

##### 4.3.1. Oznaczanie wilgoci

4.3.1.1. Wykonanie oznaczania. Około 10 g ziemi krzemionkowej rozdrobnionej tak, aby całość przeszła przez sito o wymiarach boku oczka kwadratowego 0,5 mm, odważyć z dokładnością do 0,01 g w starowanym płaskim naczyniu wagowym z przykrywką. Suszyć w temperaturze 105÷110°C do stałej masy. Po ostudzeniu zważyć.

Zawartość wilgoci  $X$  obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(G - G_1) \cdot 100}{G}$$

w którym:

$G$  - odważka ziemi krzemionkowej, g.

$G_1$  - masa ziemi krzemionkowej po wysuszeniu, g.

4.3.1.2. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 0,1.

4.3.2. Przygotowanie próbki do oznaczeń chemicznych. Około 10 g ziemi krzemionkowej rozdrobnić tak, aby całość przeszła przez sito o wymiarach boku oczka kwadratowego 0,5 mm i wysuszyć w temperaturze  $105 \pm 110^{\circ}\text{C}$  do stałej masy.

#### 4.3.3. Oznaczanie zawartości $\text{SiO}_2$

##### 4.3.3.1. Odczynniki

- Mieszanina węgla sodowego i potasowego 1+1.
- Kwas solny cz.d.a. (1,19).
- Kwas siarkowy cz.d.a. (1,84)
- Kwas fluorowodorowy cz.d.a., roztwór 40-procentowy.

4.3.3.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 2 g wysuszonej ziemi krzemionkowej (z dokładnością do 0,0002 g) i stopić z 5-krotną ilością mieszaniny węglanów sodowego i potasowego w tyglu platynowym, po ostudzeniu stop ługować rozcieńczonym kwasem solnym, roztwór odparować do sucha, po czym dodać 10 ml stężonego kwasu solnego i odparować ponownie. Pozostałość suszyć w  $105^{\circ}\text{C}$ , następnie rozpuścić w 200 ml gorącej wody z dodatkiem 20 ml stężonego kwasu solnego, odsączyć krzemionkę i przemyć gorącą wodą do zaniku reakcji na jony chlorkowe. Przesącz zebrać do kolby pomiarowej pojemności 500 ml i zachować do dalszych oznaczeń. Sączek z osadem umieścić w tyglu platynowym, wyprażyć i zważyć. Następnie dodać 3-4 kropli stężonego kwasu siarkowego i 5 ml kwasu fluorowodorowego, odparować i pozostałość prażyć w temperaturze  $1000^{\circ}\text{C}$ , a następnie zważyć. Strata na masie odpowiada ilości krzemionki.

Zawartość krzemionki  $X_1$  obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{(G_1 - G_2) \cdot 100}{G}$$

w którym:

- $G_1$  - masa tygla z osadem przed traktowaniem fluorowodorem, g,  
 $G_2$  - masa tygla z osadem po traktowaniu fluorowodorem, g,  
 $G$  - odważka ziemi krzemionkowej, g.

4.3.3.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 0,1.

#### 4.3.4. Oznaczanie zawartości $\text{R}_2\text{O}_3 (\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2)$

##### 4.3.4.1. Odczynniki

- Kwas azotowy cz.d.a. 1+1.
- Chlorek amonowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- Woda amoniakalna cz.d.a.

4.3.4.2. Wykonanie oznaczania. Z przesącza otrzymanego wg 4.3.3.2 pobrać 200 ml roztworu, dodać 2 ml kwasu azotowego i 10 ml roztworu chlorku amonowego, ogrzać do wrzenia i wytrącić wodorotlenki bardzo małym nadmiarem amoniaku (pH nie może przekraczać 8). Osad odsączyć na gorąco i przemyć gorącą wodą z dodatkiem amoniaku, przesącz zaś zebrać do kolby pomiarowej pojemności 250 ml i zachować do oznaczeń wapnia i magnezu. Osad prażyć w temperaturze  $1000^{\circ}\text{C}$ .

Zawartość  $\text{R}_2\text{O}_3 (\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2)$   $X_2$  obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{G_1 \cdot 2,5 \cdot 100}{G}$$

w którym:

- $G_1$  - masa osadu, g,  
 $G$  - odważka ziemi krzemionkowej, g.

**4.3.4.3. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 0,1.

#### 4.3.5. Oznaczanie zawartości $\text{Fe}_2\text{O}_3$

##### 4.3.5.1. Odczynniki

- Kwas solny cz.d.a. 1+1.
- Woda amoniakalna cz.d.a.
- Kwas azotowy cz.d.a. 1+1.
- Octan sodowy cz.d.a., roztwór nasycony.
- Wersenian dwusodowy cz.d.a., roztwór 0,05m.
- Kwas salicylowy, 2-procentowy roztwór alkoholowy.

**4.3.5.2. Wykonanie oznaczania.** Z przesączu otrzymanego wg 4.3.3.2 pobrać pipetą 100 ml, dodać kilka kropli kwasu azotowego i wytrącić wodorotlenki bardzo małym nadmiarem amoniaku. Osad odsączyć, przemyć gorącą wodą i rozpuścić na sączku w małej ilości gorącego kwasu solnego 1+1, przesącz rozcieńczyć wodą do około 50 ml, dodać kroplami roztworu octanu sodowego aż do zciemnienia roztworu, następnie wkroplić kwas solny 1+1 do zaniku zciemnienia, dodać 1 ml kwasu salicylowego i miareczkować powoli kroplami roztworem 0,05m wersenianu dwusodowego do zaniku barwy wskaźnika.

Zawartość  $\text{Fe}_2\text{O}_3$   $X_3$  obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{V \cdot 0,003992 \cdot 5 \cdot 100}{G}$$

w którym:

- V - objętość 0,05m wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania, ml,  
 0,003992 - ilość  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  odpowiadająca 1 ml ściśle 0,05m wersenianu dwusodowego, g,  
 G - odważka ziemi krzemionkowej, g.

**4.3.5.3. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 0,1.

#### 4.3.6. Oznaczanie zawartości $\text{CaO}$

##### 4.3.6.1. Odczynniki

- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór około 2n.
- Wersenian dwusodowy cz.d.a., roztwór 0,02m.
- Mureksyd lub kalces w mieszaninie z NaCl 1+200.

**4.3.6.2. Wykonanie oznaczania.** Z przesączu otrzymanego wg 4.3.4.2 pobrać pipetą 100 ml, dodać 2 ml 2n wodorotlenku sodowego i roztwór gotować przez kilka minut w celu odpędzenia amoniaku. Następnie ostudzić, dodać 5 ml 2n wodorotlenku sodowego, szczyptę wskaźnika i miareczkować 0,02m roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany barwy wskaźnika (mureksydu na fioletową, kalcesu na niebieską).

Zawartość  $\text{CaO}$   $X_4$  obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{V \cdot 0,00112 \cdot 6,25 \cdot 100}{G}$$

w którym:

- V - objętość 0,02m wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania, ml,  
 0,00112 - ilość tlenku wapnia odpowiadająca 1 ml ściśle 0,02m roztworu wersenianu dwusodowego, g,  
 G - odważka ziemi krzemionkowej (wg 4.3.3.2), g.

**4.3.6.3. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 0,05.

4.3.7. Oznaczanie zawartości MgO4.3.7.1. Odczynniki

- a) Roztwór buforowy - 54 g chlorku amonowego cz.d.a. rozpuścić w wodzie, dodać 350 ml 25-procentowego amoniaku i uzupełnić wodą destylowaną do objętości 1 l.
- b) Wersenian dwusodowy cz.d.a., roztwór 0,02m.
- c) Czerń eriochromowa T w mieszaninie z NaCl (1+200).

4.3.7.2. Wykonanie oznaczania. Z przesączu otrzymanego wg 4.3.4.2 pobrać pipetą 100 ml, dodać 5 ml roztworu buforowego, szczyptę wskaźnika i miareczkować 0,02m roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany barwy wskaźnika na wyraźnie niebieską, bez fioletowego odcienia.

Zawartość MgO  $X_5$  obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_5 = \frac{(V_1 - V) \cdot 0,0008064 \cdot 6,25 \cdot 100}{G}$$

w którym:

$V_1$  - objętość 0,02m wersenianu dwusodowego zużytego w tym oznaczaniu, ml,

$V$  - objętość 0,02m roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania wapnia wg 4.3.6.2, ml,

0,0008064 - ilość tlenu magnezowego odpowiadająca 1 ml ściśle 0,02m roztworu wersenianu dwusodowego, g,

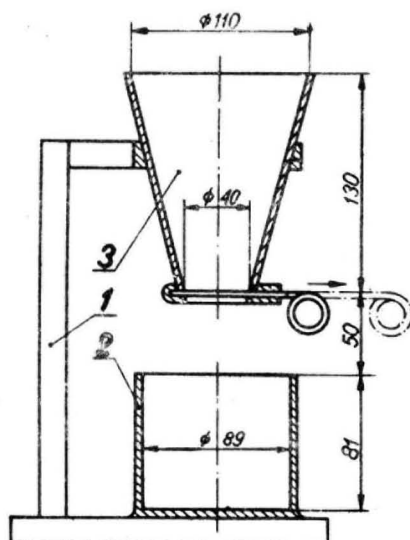
$G$  - odważka ziemi krzemionkowej wg 4.3.3.2, g.

4.3.7.3. Wynik. Za wynik przyjąć należy średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 0,05.

4.3.8. Oznaczanie ciężaru nasypowego

4.3.8.1. Przygotowanie próbki. Około 500 g surowej ziemi krzemionkowej suszyć i rozdrobnić w moździerzu tak, aby całość przeszła przez sito o wymiarach boku oczka kwadratowego 0,5 mm. Zawartość wilgoci w próbce wysuszonej nie powinna być wyższa niż 2%, o ile odbiorca nie stawia innych wymagań.

4.3.8.2. Przyrząd do oznaczania ciężaru nasypowego. Oznaczanie ciężaru nasypowego wykonuje się w przyrządzie znormalizowanym wg rys. 3. Przyrząd składa się ze statywu 1, z blaszanego cylindra 2 o wysokości 81 mm, średnicy wewnętrznej 89 mm i pojemności dokładnie 500 cm<sup>3</sup> oraz blaszanego lejka 3 o górnej średnicy 110 mm, dolnej 40 mm i wysokości 130 mm. Lejek zaopatrzony jest w zasuwkę. Odległość między dolną krawędzią lejka a górną krawędzią cylindra - 50 mm.



Rys. 3

4.3.8.3. Wykonanie oznaczania. Lejek napełnić ziemią krzemionkową, po czym szybkim ruchem otworzyć zasuwkę. Po zsypaniu się ziemi do cylindra (powinien być pewien nadmiar ziemi krzemionkowej) należy odczekać 5 sek, a następnie prostą blaszką lub deszczułką zgarnąć nadmiar ziemi, po czym zważyć cylinder z ziemią krzemionkową z dokładnością do 1 g.

Ciężar nasypowy  $X_6$  obliczyć w G/l wg wzoru

$$X_6 = (f - g) \cdot 2$$

w którym:

$f$  - ciężar cylindra z ziemią krzemionkową, G,

$g$  - ciężar cylindra próżnego, G.

4.3.8.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników trzech kolejnych oznaczeń.

K O N I E C